

BEST AVAILABLE COPY

PAT-NO: JP363282199A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 63282199 A

TITLE: FORMATION OF THIN DIAMOND FILM

PUBN-DATE: November 18, 1988

INVENTOR-INFORMATION:

NAME **COUNTRY**

UENO, AKIRA

KITAHATA, MAKOTO

HIROCHI, KUMIKO

YAMAZAKI, OSAMU

(Circuit) Ion beam sputter into sus.
while 2nd IB @ 75-90°
(+) (+) 10-50V on sus
See Fig. 1 & 2

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME **COUNTRY**

MATSUSHITA ELECTRIC IND CO LTD N/A

APPL-NO: JP62114158

APPL-DATE: May 11, 1987

INT-CL (IPC): C30 B 029/04

US-CL-CURRENT: 427/530

ABSTRACT:

PURPOSE: To form a good-quality thin diamond film with good reproducibility by using at least two ion beams at the time of forming a thin diamond film by the ion beam vapor deposition method.

CONSTITUTION: The first ion beam 2 contg. an inert gas or carbon is projected on a target 5 contg. carbon, the particle 8 contg. carbon is sputtered and supplied onto the surface 7 of a substrate 6, and the second ion beam 4 is simultaneously projected on the surface 7 of the substrate at the incident angle θ of $75\text{--}90^\circ\text{C}$. The substrate is kept at about 100°C during the formation of the film. In addition, the energy of the first ion beam 2 is controlled to 100eV \square 10 keV, and the energy of the second ion beam 4 is adjusted to 10eV \square 5eV.

COPYRIGHT: (C)1988,JPO&Japio

⑨ 日本国特許庁 (JP) ⑩ 特許出願公開
⑪ 公開特許公報 (A) 昭63-282199

⑫ Int. Cl. 識別記号 執内整理番号 ⑬ 公開 昭和63年(1988)11月18日
C 30 B 29/04 8518-4G

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

④ 発明の名称 ダイヤモンド薄膜の形成方法
⑤ 特願 昭62-114158
⑥ 出願 昭62(1987)5月11日
⑦ 発明者 上野 明 大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器産業株式会社内
⑧ 発明者 北島 真 大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器産業株式会社内
⑨ 発明者 広地 久美子 大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器産業株式会社内
⑩ 発明者 山崎 攻 大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器産業株式会社内
⑪ 出願人 松下電器産業株式会社 大阪府門真市大字門真1006番地
⑫ 代理人 弁理士 中尾 敏男 外1名

明細書

1. 発明の名称

ダイヤモンド薄膜の形成方法

2. 特許請求の範囲

- (1) 不活性ガス又は炭素を含む第1のイオンビームを、炭素を含むターゲットに照射し、炭素を含む粒子をスパッタして基板表面に供給するとともに、水素を含む第2のイオンビームを入射角75°以上90°以下の範囲で前記基板表面に照射することを特徴とするダイヤモンド薄膜の形成方法。
- (2) 前記形成中の基板温度を100°C以下としたことを特徴とする特許請求の範囲第1項記載のダイヤモンド薄膜の形成方法。
- (3) 第1のイオンビームのエネルギーを100eV以上10KeV以下とし、第2のイオンビームのエネルギーを10eV以上5KeV以下としたことを特徴とする特許請求の範囲第1項記載のダイヤモンド薄膜の形成方法。
- (4) 第1のイオンビームにさらに炭素を加えたことを特徴とする特許請求の範囲第3項記載のダイ

ヤモンド薄膜の形成方法。

3. 発明の詳細を説明

産業上の利用分野

本発明は、イオンビームスパッタ蒸着法によるダイヤモンド薄膜の形成方法に関するものであり、特に、樹脂材料の表面コート、半導体素子のヒートシンク膜、高温動作半導体素子などへの応用に適したダイヤモンド薄膜の低温下での形成方法に関するものである。

従来の技術

最近、各所でダイヤモンド薄膜形成の研究が行なわれており、イオンビームスパッタ蒸着法においても明確自形を有するダイヤモンド結晶の成長が確認されている。エム キタバタケ, ケー サン ジュイ アブライ フィジックス 58, 1693 (1985) [M. Kitabatake, K. Wada: (J. Appl Phys), 58, 1693 (1985)]

発明が解決しようとする問題点

北島らのイオンビームスパッタ蒸着法は、ターゲットをスパッタするためのイオンビームと基板

表面に形成された黒鉛状炭素を取り除くためのイオンビームが同一であり、前記基板表面に浅い角度で前記イオンビームを照射するよう第3図に示すような構成をとっている。すなわち、第2図において、31はイオンソース、32はイオンビーム、33は炭素ターゲット、34は基板、35は基板表面、36は炭素を含むターゲットである。第2図の方法ではイオンビーム32がスパッタ用と基板表面35に形成される黒鉛状炭素を除去する。第3図ではイオンビーム32でスパッタされた粒子36が基板34の表面35に到達してダイヤモンド薄膜を形成するとともに、イオンビーム32の一部32aを基板表面35に照射してこの表面に形成される不要な前記黒鉛状炭素を取り除いている。このように、ビーム12に2つの機能をもたせるため、ターゲット33のスパッタと基板表面35への入射の両方を最適化することは困難で、形成されるダイヤモンド薄膜の膜厚分布、結晶粒の密度分布がともに不均一であり、大面積な薄膜形成ならびに再現性がほしいという問題

1は第1のイオンソースでスパッタ用の第1のイオンビーム2が発せられる。3は第2のイオンソースで第2のイオンビーム4がここから基板6の表面7に照射される。5はビーム2によってスパッタされる炭素を含むターゲットで炭素を含む粒子8がスパッタされて基板6表面7でダイヤモンド薄膜となる。

この方法によれば、第2のイオンビーム4にて、基板表面7に形成される不要な黒鉛状炭素を除去するため、このときの基板表面7への入射角を、スパッタとは別に最適に制御することが可能となる。

次に、本発明の具体的実施例を第2図とともに説明する。第2図において第1図と同一部分には同一番号を付す。11はガス導入口、12は熱フィラメント、13は真空チャンバ、14はアルゴンガスポンベ、15は水素ガスポンベ、16は真空ポンプ、17、18はグリッド、19、20はニュートライザ、21は熱フィラメント、22はガス導入口である。

があった。

本発明は上記問題の検討に鑑みてなされたもので、良質なダイヤモンド状薄膜を再現性良く形成することを目的とする。

問題点を解決するための手段

本発明は前記問題点を解決するために、不活性ガス又は炭素を含む第1のイオンビームを炭素を含むターゲットに照射し、炭素を含む粒子をスパッタして基板表面に供給するとともに、水素を含む第2のイオンビームを入射角75°以上90°以下の範囲で少なくとも基板表面に照射して、ダイヤモンド薄膜を形成しようとするものである。

作用

本発明では、少くとも2つのイオンビームを用いているので、炭素を含むターゲットに対する基板位置を膜厚分布及びダイヤモンド結晶粒の密度分布がともに均一となるように選ぶことができ、前記問題点を容易に解決できる。

実施例

第1図は、本発明の方法を原理的に示すもので、

さて、イオンソース1にガス導入口2からアルゴンガスを、イオンソース3にガス導入口11から水素ガスをそれぞれ導入し、熱フィラメント12、21を用いて放電をおこし、グリッド17、18からイオンを加速して取り出す。イオンビーム2は、直進してターゲット5であるグラファイト板に少なくとも照射され、炭素を含む粒子8をグラファイト板5からスパッタして基板6の表面に供給する。これと同時に、イオンビーム4は、入射角75°以上90°以下の範囲で少なくとも基板6の表面に照射される。この時のイオンビーム2のエネルギーはたとえば1200eVで、イオンビーム4のエネルギーは100eVであった。また、真空チャンバ13内の圧力は 2×10^{-4} Torr程度であり、アルゴンと水素の分圧比は、1:3程度であった。この状態で30分間膜形成を行なった結果、膜厚分布、ダイヤモンド結晶の密度分布がともに均一なダイヤモンド薄膜がシリコン基板6上に得られた。また、膜形成時の基板の最高温度は50°C程度であった。

イオンビーム2のエネルギーは、炭素を含む粒子8をスパッタ形成するのに必要な最低のエネルギーの100eV以上10KeV以下とした。イオンビーム2のエネルギーの上限を10KeVとしたのは、この値を超えると、高速イオンがターゲットの内部に入りこみ、スパッタ率が低下するためである。また、イオンビーム4のエネルギーは、基板6の表面に形成された黒鉛状炭素を取り除くのに必要な最低のエネルギーの10eV以上5KeV以下とした。イオンビーム4のエネルギーの上限を5KeV以下としたのは、この値を超えると、高速イオンが、前記黒鉛状炭素を取り除くだけでなく、基板6の表面に形成されたダイヤモンド結晶粒までもスパッタしてしまうからである。ここでは、2つのイオンビーム2, 4を用いたが、2つ以上のイオンビームを用いても良い。このように、2つ以上のイオンビームを用いることによって、炭素を含む粒子をスパッタする最適エネルギー及び黒鉛状炭素を取り除く最適エネルギーをそれぞれ独立に選ぶことができ、再現性良くダイヤモンド薄膜が形成する

本発明におけるダイヤモンド薄膜の形成方法は、膜厚分布、ダイヤモンド結晶粒の密度分布とともに均一なダイヤモンド薄膜を低温下で再現性よく形成することができ、大面积化を可能とし、次世代の高機能材料への道を開拓したものであり、本発明の工業的価値は極めて高い。

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の方法の基本的な構成図、第2図は本発明の一実施例の方法を示す構成図、第3図は従来の方法を示す概略構成図である。

1……第1のイオンソース、2……第1のイオンビーム、3……第2のイオンソース、4……第2のイオンビーム、5……炭素を含むターゲット、6……基板、7……基板表面、8……炭素を含む粒子、θ……第2のイオンビームの基板表面への入射角。

代理人の氏名 幹理士 中尾敏男ほか1名

ことができた。

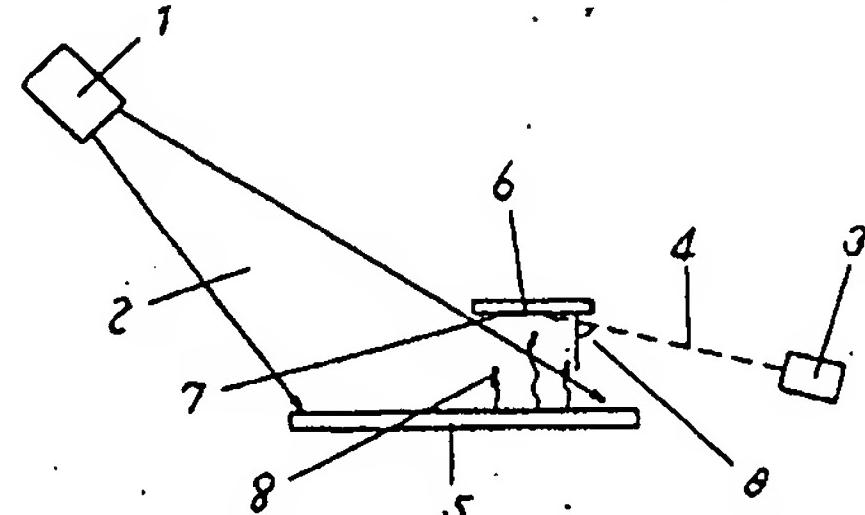
ここでは、イオンソース1にアルゴンガスを導入したが、アルゴンガス以下の不活性ガス又は炭素を含むガスを導入しても効率良くダイヤモンド薄膜を形成することができた。また、イオンソース3には、水素ガスを含む混合ガスを用いてもよく、炭素を含むガスを導入することによって、堆積速度を上げることができることを本発明者等は確認した。また、ここでは、イオンビームについて述べたが、イオンビームのかわりにニュートライザ19, 20によって中性化された中性原子でも有効であった。

また、ターゲット5としてグラファイト板を用いたが、グラファイト板に限らず、炭素を含むものであればよい。さらに、基板6としてシリコンを用いたが、シリコン以外のものを基板として用いてもよく、膜形成時の基板温度も50°C程度であるので、例えば樹脂材料を基板として用いても有効であることを本発明者等は確認した。

発明の効果

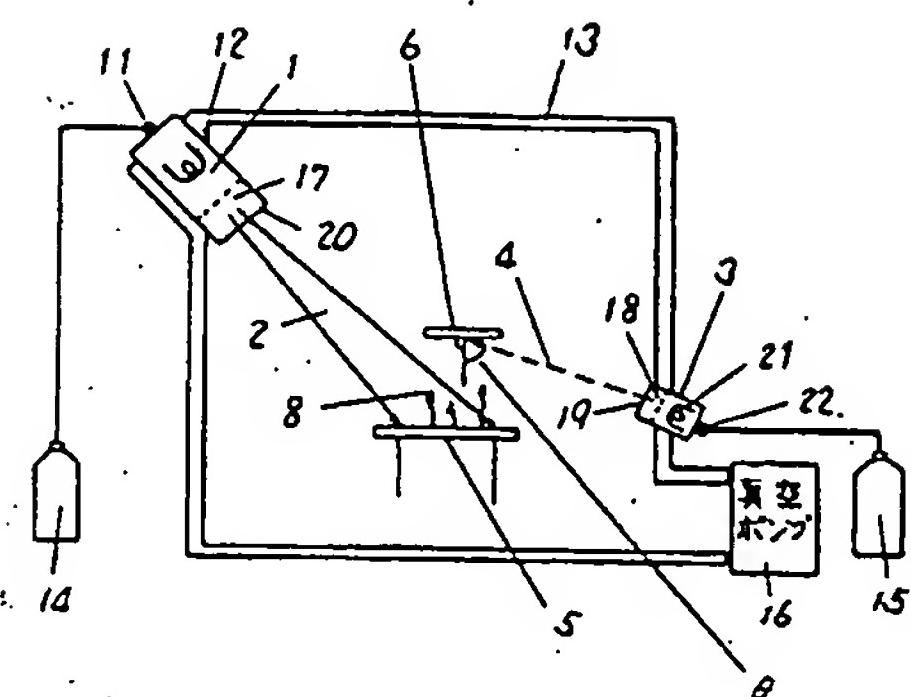
第1図

- 1 --- 第1のイオンソース
- 2 --- 第1のイオンビーム
- 3 --- 第2のイオンソース
- 4 --- 第2のイオンビーム
- 5 --- 炭素を含むターゲット
- 6 --- 基板
- 7 --- 基板表面
- 8 --- 炭素を含む粒子
- θ --- 第2のイオンビームの
基板表面への入射角



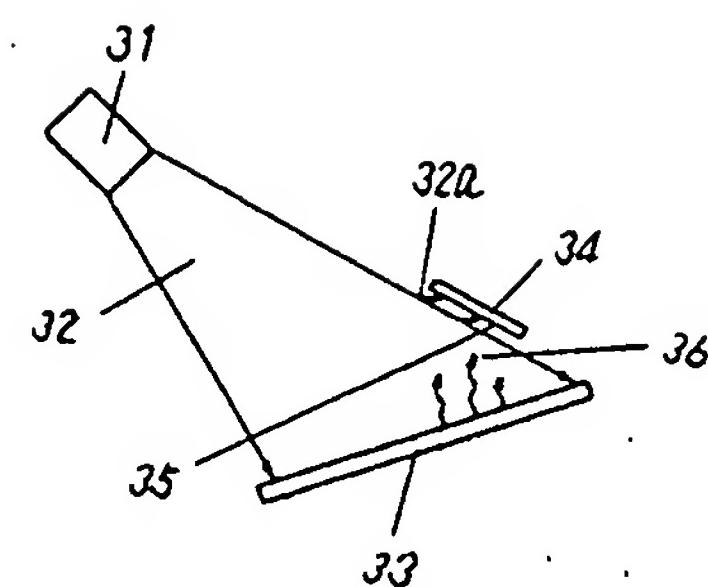
- | | |
|------------------|-------------------------------|
| 1 --- イオンソース | 15 --- 水素ガスボンベ |
| 2 --- イオンビーム | 17 --- グリッド |
| 3 --- イオンソース | 18 --- グリッド |
| 4 --- イオンビーム | 19 --- ニュートライア |
| 5 --- ターゲット | 20 --- ニュートライア |
| 6 --- 基板 | 21 --- 热フィラメント |
| 8 --- 炭素を含む粒子 | 22 --- ガス導入口 |
| 11 --- ガス導入口 | 8 --- イオンビーム4の基板12
表面への入射角 |
| 12 --- 热フィラメント | |
| 13 --- 真空チャンバー | |
| 14 --- アルゴンガスボンベ | |

第2図



第3図

- | |
|----------------|
| 31 --- イオンソース |
| 32 --- イオンビーム |
| 33 --- 炭素ターゲット |
| 34 --- 基板 |
| 35 --- 基板表面 |
| 36 --- 炭素を含む粒子 |



PTO 07-2198

Japanese Patent

63282199

METHOD FOR FORMING DIAMOND THIN FILM

[Daiamondo Usumaku No Keisei Hoho]

Akira Ueno et al.

UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Washington, D.C.

February 2007

Translated by: Schreiber Translations, Inc.

Country : Japan
Document No. : Sho 63-282199
Document Type : Kokai
Language : Japanese
Inventor : Akira Ueno et al.
Applicant : Matsushita Electric
Industrial Co., Ltd.
IPC : C 30 B 29/04
Application Date : May 11, 1987
Publication Date : November 18, 1988
Foreign Language Title : Daiamondo Usumaku No Keisei
Hoho
English Title : METHOD FOR FORMING DIAMOND
THIN FILM

Specification

1. Title of the invention

Method for Forming Diamond Thin Film

2. Claims

1. A method for forming a diamond thin film, characterized by the fact that a first ion beam including an inert gas or carbon is irradiated to a target containing carbon; particles containing carbon are sputtered and supplied to the surface of a substrate; and a second ion beam including hydrogen is irradiated at an angle of incidence of 75-90° to the surface of the above-mentioned substrate.

2. The method for forming a diamond thin film of Claim 1, characterized by the fact that the substrate temperature during the film formation is set to 100°C or lower.

3. The method for forming a diamond thin film of Claim 1, characterized by the fact that the energy of the first ion beam

¹ Numbers in the margin indicate pagination in the foreign text.

is set to 100 eV-10 KeV; and the energy of the second ion beam is set to 10 eV-5 KeV.

4. The method for forming a diamond thin film of Claim 1, characterized by the fact that carbon is further added to the first ion beam.

3. Detailed explanation of the invention

(Industrial application field)

The present invention pertains to a method for forming a diamond thin film using an ion-beam sputtering vapor deposition method. In particular, the present invention pertains to a method for forming a diamond thin film at low temperature suitable for the application to surface coating of resin materials, heat sink films of semiconductor devices, high-temperature operating semiconductor devices, etc.

(Prior art)

Recently, the research on the formation of a diamond thin film has been conducted in each place, and the growth of a diamond crystal having a distinct self shape has also been confirmed in an ion-beam sputtering vapor deposition method (M. Kitabatake and K. Wasa: J. Appl. Phys., 58, 1693 (1985)).

(Problems to be solved by the invention)

In the ion-beam sputtering vapor deposition method of Kitabatake et al., an ion beam for sputtering a target and an ion beam for removing a /2 graphite-shaped carbon formed on the surface of a substrate are the same and adopts a constitution as shown in Figure 3 so that the above-mentioned ion beams are irradiated at a shallow angle to the surface of the above-mentioned substrate. In other words, in Figure 2, 31 is an ion source, 32, an ion beam, 33 is a carbon target, 34 is a substrate, 35 is a substrate surface, and 36 is a target containing carbon. In the method of Figure 2, the ion beam 32 is used for sputtering and removes the graphite-shaped carbon being formed on the substrate surface 35. In Figure 3, the particle 36 sputtered by the ion beam 32 arrive at the surface 35 of the substrate 14, so that a diamond thin film is formed. At the same time, part 32a of the ion beam 32 is irradiated to the substrate surface 35, and the above-mentioned unnecessary graphite-shaped carbon being formed on the surface is removed. Thus, since two functions were given to the beam 12, both the sputtering of the beam 12 and the incidence on the substrate surface 35 were difficult to be optimized, the film thickness distribution of the diamond thin film being formed and the density distribution of crystal grains were nonuniform, and the

formation of a large-area thin film and the reproducibility were deficient.

The present invention considers the above-mentioned problems, and its purpose is to form a good-quality diamond-shaped thin film with good reproducibility.

(Means to solve the problems)

In order to solve the above-mentioned problems, according to the present invention, a first ion beam including an inert gas or carbon is irradiated to a target containing carbon, particles containing carbon are sputtered and supplied to the surface of a substrate, and a second ion beam including hydrogen is irradiated at an angle of incidence of 75-90° to the surface of the above-mentioned substrate, so that a diamond thin film is formed.

(Operation)

In the present invention, since at least two ion beams are used, the substrate position to the target containing carbon can be carried so that both the film thickness distribution and the density distribution of the diamond crystal grains are uniform. Thereby, the above-mentioned problems can be easily solved.

(Application example)

Figure 1 shows the principle of the method of the present invention. 1 is a first ion source, and a first ion beam 2 for

sputtering is emitted. 3 is a second ion source, and a second ion beam 4 is irradiated to a surface 7 of a substrate 6. 5 is a target containing carbon being sputtered by the beam 2, and particles 8 containing carbon are sputtered and become a diamond thin film on the surface 7 of the substrate 6.

According to this method, since the unnecessary graphite-shaped carbon being formed on the substrate surface 7 is removed by the second ion beam, the angle of incidence on the substrate surface at that time can be optimally controlled apart from the sputtering.

Next, a detailed application example of the present invention is explained along with Figure 2. In Figure 2, the same numbers are given to the same parts as those of Figure 1. 11 is a gas inlet opening, 12 is a heat filament, 13 is a vacuum chamber, 14 is an argon gas bomb, 15 is a hydrogen gas bomb, 16 is a vacuum pump, 17 and 18 are grids, 19 and 20 are neutralizers, 21 is a heat filament, and 22 is a gas inlet opening.

On the other hand, an argon gas is introduced into the ion source 1 from the gas inlet opening 2, and a hydrogen gas is introduced into the ion source 3 from the gas inlet opening 11. A discharge is caused using the heat filaments 12 and 21, and ions are accelerated and drawn out of the grids 17 and 18. The

ion beam 2 is advanced straight and irradiated at least to a graphite plate as a target 5, and particles 8 containing carbon are sputtered from the graphite plate 5 and supplied to the surface of a substrate 6. At the same time, the beam ion 4 is irradiated at an angle of incidence of 75-90° to the surface of at least the substrate 6. The energy of the ion beam 2 at that time was 1,200 eV, for instance, and the energy of the ion beam 4 was 100 eV. Also, the pressure in the vacuum chamber 13 was about 2×10^{-4} Torr, and the partial oxygen pressure of argon and
hydrogen was about 1:3. In this state, as a result of the film formation for 30 min, a diamond thin film in which both the film thickness distribution and the density distribution of the diamond crystal were uniform was obtained on the silicon substrate 6. Also, the optimum temperature of the substrate during the film formation was about 50°C.

The energy of the ion beam 2 was 100 eV-10 KeV of the minimum energy /3 required for forming the particles 8 containing carbon by sputtering. The reason why the upper limit of the energy of the ion beam 2 is set to 10 KeV is that if the energy exceeds this value, high-speed ions are introduced into the target, so that the sputtering rate is lowered. Also, the energy of the ion beam 4 was 10 eV-5 KeV of the minimum energy required for removing the graphite-shaped carbon formed on the

surface of the substrate 6. The reason why the upper limit of the energy of the ion beam 4 is set to 5 KeV is that if the energy exceeds this value, high-speed ions not only remove the above-mentioned graphite-shaped carbon but sputter the diamond crystal rains formed on the surface of the substrate 6. Here, two ions beams 2 and 4 have been used, however two or more ion beams may also be employed. Thus, with the user of two or more ion beams, an optimum energy for sputtering the particles containing carbon and an optimum energy for removing the graphite-shaped carbon can be respectively, independently selected, so that a diamond thin film can be formed with good reproducibility.

Here, an argon gas was introduced into the ion source 1, and even if an inert gas other than the argon gas or a gas containing carbon were introduced, a diamond thin film could be formed with good efficiency. Also, a mixed gas containing a hydrogen gas may also be used in the ion source 3, and it was confirmed by these inventors that the deposition rate could be raised by introducing the gas containing carbon. Also, the ion beams have been mentioned, however neutral atoms neutralized by neutralizers 19 and 20 were also effective instead of the ion beams.

Also, the graphite plate has been used as the target 5, however any target containing carbon may be employed without being limited to the graphite plate. Furthermore, as the substrate 6, the silicon substrate has been used, however substrates other than the silicon substrate may be used. Since the substrate temperature during the film formation is about 50°C, for example, it was confirmed by these inventors that even if a resin material was used as the substrate, it is was effective.

(Effects of the invention)

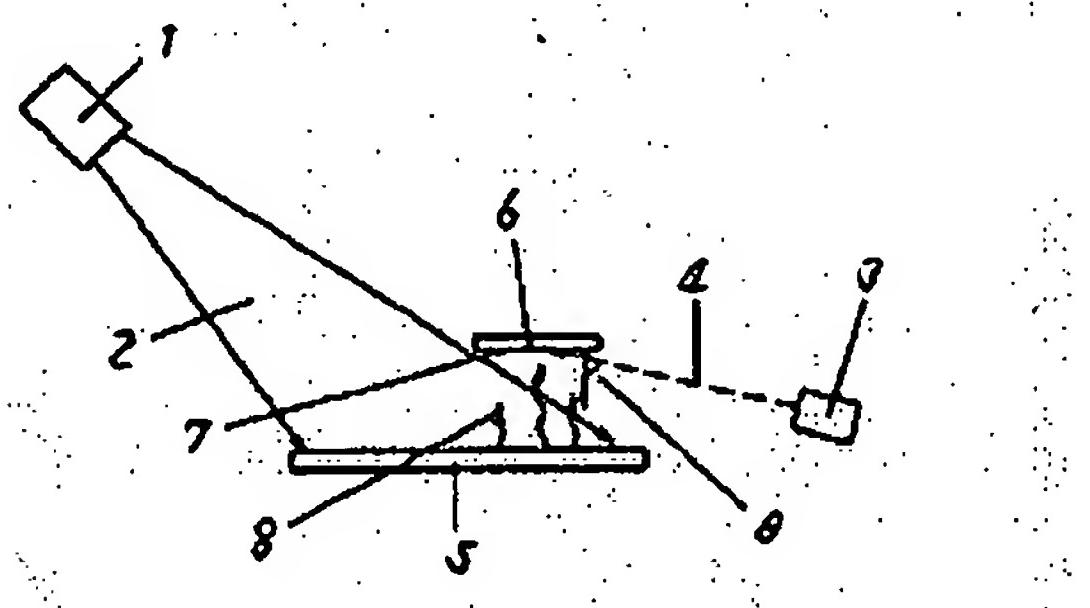
According to the method for forming a diamond thin film of the present invention, a diamond thin film in which both the film thickness distribution and the density distribution of diamond crystal grains are uniform can be formed with good reproducibility, so that the area can be increased, thereby opening a way to the next-generation high functional materials. Thus, the industrial value of the present invention is very high.

4. Brief description of the figures

Figure 1 is a basic constitutional diagram showing the method of the present invention, Figure 2 is a constitutional diagram showing the method of an application example of the

present invention, and Figure 3 is an outlined constitutional diagram showing a conventional method.

- 1 First ion source
- 2 First ion beam
- 3 Second ion source
- 4 Second ion beam
- 5 Target containing carbon
- 6 Substrate
- 7 Substrate surface
- 8 Particle containing carbon
- θ Angle of incidence of the second ion beam on the substrate surface



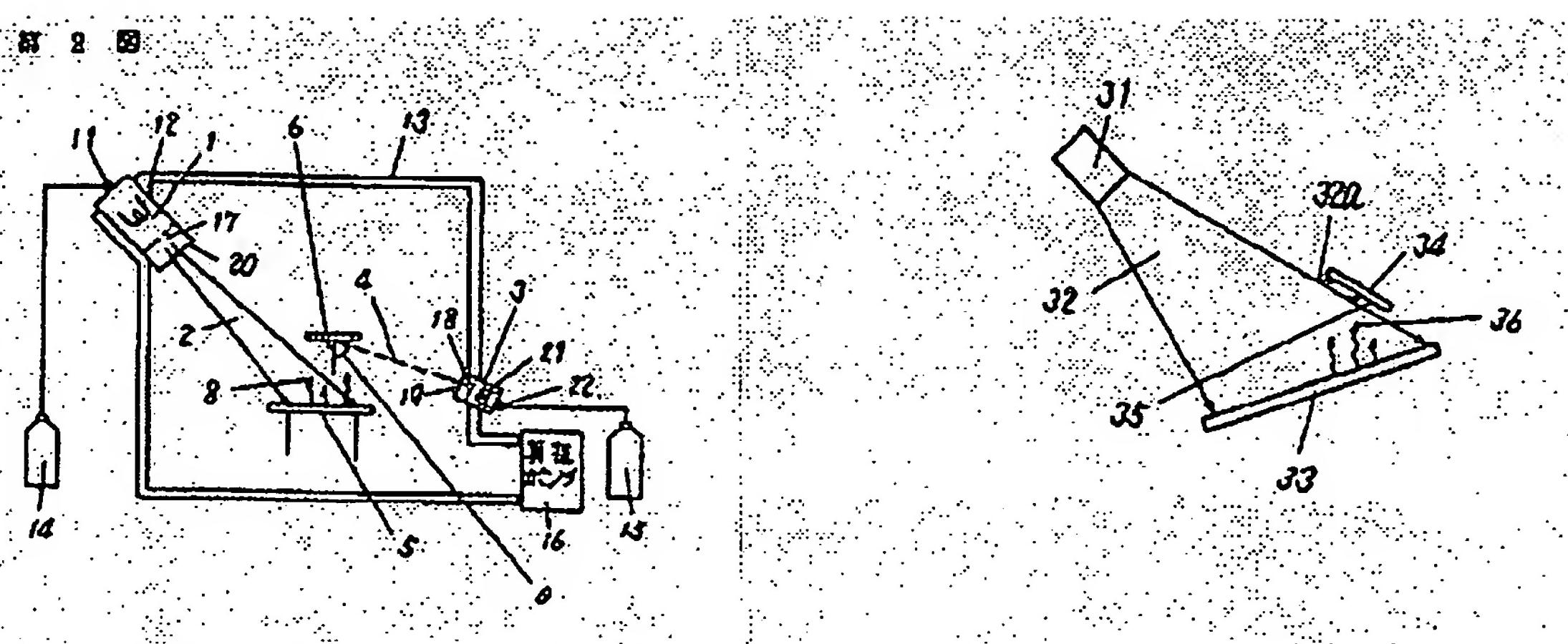


Figure 1:

- 1 First ion source
- 2 First ion beam
- 3 Second ion source
- 4 Second ion beam
- 5 Target containing carbon
- 6 Substrate
- 7 Substrate surface
- 8 Particle containing carbon
- θ Angle of incidence of the second ion beam on the substrate surface

Figure 2:

- 1 Ion source
- 2 Ion beam
- 3 Ion source
- 4 Ion beam

- 5 Target
- 6 Substrate
- 8 Particle containing carbon
- 11 Gas inlet opening.
- 12 Heat filament
- 13 Vacuum chamber
- 14 Argon gas bomb
- 15 Hydrogen gas bomb
- 16 Vacuum pump
- 17 Grid
- 18 Grid
- 19 Neutralizer
- 20 Neutralizer
- 21 Heat filament
- 22 Gas inlet opening
- θ Angle of incidence of the ion beam 4 on the surface of the substrate 12

Figure 3:

- 31 Ion source
- 32 Ion beam
- 33 Carbon target
- 34 Substrate

35 Substrate surface

36 Particle containing carbon